Conditionnement en BIB : préconisations pour la mesure de l'oxygène total et amélioration de la durée de vie

RÉSUMÉ La maîtrise de l'apport d'oxygène au conditionnement en Bag-In-Box représente une voie d'amélioration importante de la durée de vie du vin en BIB. L'association Performance BIB a confié au Service Technique d'Inter Rhône la mission de mettre au point une méthode de référence, permettant de mesurer l'oxygène total apporté dans le BIB lors du conditionnement, en tenant compte des contraintes réelles en cave. Les essais en laboratoire et au sein de caves partenaires ont permis à Inter Rhône en collaboration avec l'INRA, d'établir une méthode fiable et de créer un outil pratique, le BIB Cone Meter, pour mesurer le volume d'air emprisonné dans l'outre, et la quantité d'oxygène contenue dans le BIB.

Mots clés
BIB, oxygène, conditionnement, durée de vie

ABSTRACT Controlling the oxygen ingress during BIB filling is an important way of improving the shelflife of wine in BIB. The association Performance BIB gave the Technical Service of Inter Rhone the mission to develop a reference method for measuring the total oxygen provided in the BIB during conditionning, taking into account the real constraints in cellars. Tests in laboratory and in partners'cellars have allowed Inter Rhone, in collaboration with INRA, to establish a reliable method and create a practical tool, the BIB Cone Meter, to measure the volume of air trapped in the bag, and estimate the oxygen concentration.

Keywords
BIB, oxygen, conditioning, shelflife

Sophie VIALIS
Patrick VUCHOT
Inter Rhône
2260, route du Grès
84100 Orange
svialis@inter-rhone.com
04 90 11 46 00

Patrick SHEA
VITOP et PERFORMANCE BIB
ps@vitop.fr

Jean-Claude VIDAL
INRA
vidaljc@supagro.inra.fr



Sophie VIALIS

BIB conditioning : advice for the mesurement total oxygen and increase of the shelf life



Sur le marché du vin en France, le Bag-In-Box® est un des rares segments à connaître une augmentation de ses ventes depuis dix ans. Depuis 1998, les ventes hebdomadaires de BIB ont été multipliées par 7 (FranceAgriMer, 2011). Ce marché est tiré par la demande. Cependant, la durée de vie du vin en BIB est encore trop courte. En moyenne, elle est estimée à 9 mois mais varie beaucoup. Cette variation est due aux pratiques de conditionnement et aux conditions de stockage et de transport.

Pour amplifier la progression des ventes de vin en BIB, l'association Performance BIB estime que la durée de vie du vin en BIB peut être améliorée. Les importateurs et détaillants en vin pourraient agir sur plusieurs plans: fixer une durée de vie des BIB réaliste, adopter de bonnes pratiques, aider les fournisseurs à atteindre les objectifs de durée de vie souhaités (plutôt que de fixer des critères de performance basés sur des paramètres spécifiques avec des systèmes de mesure non-standardisés) ; enfin, se référer au Guide de Bonnes Pratiques pour le conditionnement du vin en BIB.

Allonger la durée de vie du vin en BIB

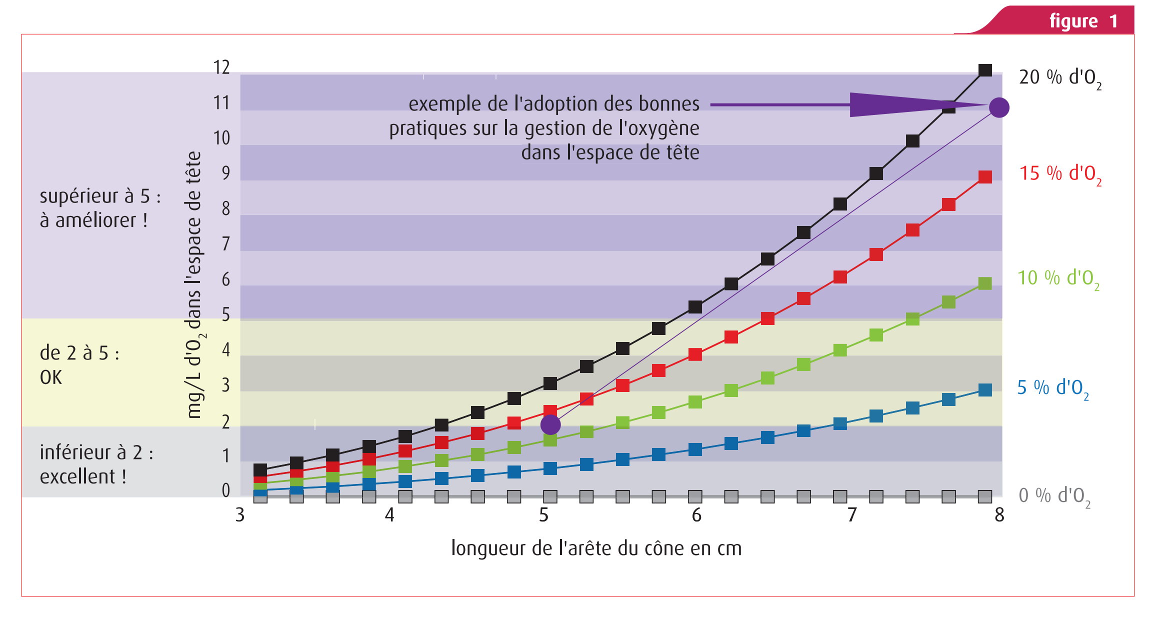
Le principal risque qu'encourt un vin stocké en BIB est l'oxydation : modifications des paramètres sensoriels, perte et altération d'arômes, évolution prématurée de la couleur, et altérations microbiologiques. Cependant, les qualités sensorielles du vin peuvent être maintenues plus longtemps. En effet, Patrick Shea, de VITOP dénombre les sept façons suivantes d'allonger la durée de vie du vin en BIB.

➔ **1/** Sélectionner les vins les plus résistants à l'oxydation. Ce sont des vins riches en polyphénols, pauvres en molécules oxydantes, affichant un pH bas et un niveau bas en oxygène dissous, avant remplissage.

➔ **2/** Gérer le sulfitage pour optimiser et vérifier que les teneurs en SO_2 soient stables, en amont du conditionnement. Le niveau de SO_2 libre au remplissage est souvent entre 25 et 50 mg/L. Puis il diminuera avec le temps. En effet, une étude INRA réalisée en 2004 pour Performance BIB montre qu'un chardonnay possédant 46 mg/L de SO_2 libre, n'en a plus que 12 mg/L après 9 mois de stockage en BIB à 20°C. La concentration idéale doit être déterminée par l'œnologue, en fonction des risques qu'il accepte de prendre (odeur d'allumette brûlée, réduction ou oxydation précoce en cas de teneur basse en SO_2…), selon le process (entraînant des apports d'oxygène plus ou moins importants), mais aussi selon la durée de vie souhaitée, du pH du vin, des risques microbiologiques, et d'autres facteurs complémentaires.

➔ **3/** Réaliser une filtration finale adéquate et une stérilisation de la ligne de remplissage. La durée de vie du vin en BIB peut être fortement raccourcie par une filtration finale mal réalisée ou par une contamination au cours du remplissage. Des germes d'altération se développent alors, et provoquent des odeurs et goûts désagréables. Les cartons peuvent également gonfler sous l'effet de production de gaz microbiens. Des analyses microbiologiques périodiques complétées par

figure 1



Oxygène gazeux contenu dans le BIB à la mise en fonction de la concentration en oxygène dans l'espace de tête et la longueur de l'arête du cône. Exemple de l'impact de bonnes pratiques de remplissage sur la réduction de l'oxygène du cône d'air.

des pratiques d'hygiène raisonnables peuvent réduire considérablement le risque de déviation microbienne.

→ **4/** Minimiser l'apport d'oxygène au conditionnement. En effet, une étude INRA (2004) établit qu'en moyenne, un apport d'1 mg/L d'oxygène supplémentaire lors du conditionnement en BIB réduit de près de 4 mg/L la concentration en SO2 libre, et donc raccourcit la durée de vie du vin. L'oxygène au conditionnement constitue donc un paramètre clé à maîtriser. Toutefois, dans les caves, cette mesure n'est pas simple à réaliser et manque de fiabilité. Elle n'est donc quasiment jamais réalisée. C'est à ce niveau que se situe une marge de progrès importante.

De multiples facteurs-clés affectent l'apport d'oxygène total, et sont donc à contrôler : la quantité d'oxygène initial dans l'emballage, la technologie de la valve de remplissage, l'ajustement de la table de remplissage, l'emballage sous vide d'air, le balayage à l'azote pour chasser l'oxygène du robinet et du goulot.

→ **5/** Privilégier un emballage à basse perméabilité à l'oxygène. L'oxygène total dans le cycle de vie de l'emballage est la somme de l'oxygène total de l'emballage (TPO) juste après remplissage (dans le vin et le cône d'air) et de l'oxygène pénétrant au travers de l'emballage rempli pendant plusieurs mois après remplissage. Les voies d'entrée de l'oxygène sont multiples : par le robinet, à travers les interfaces entre le robinet, le goulot et les soudures, au travers des films barrière et film PE (en polyéthylène) au travers des deux couches soudées de film PE. Il est donc nécessaire de quantifier ces sources d'apport en oxygène après conditionnement, et de spécifier des domaines d'amélioration potentiels. C'est ce qu'Inter Rhône s'est engagé à étudier dans les années à venir.

→ **6/** Manier avec précaution la poche. Des dégâts causés à l'emballage BIB, surtout au film barrière, raccourciront la durée de vie du vin. Les poches peuvent être examinées périodiquement après remplissage, après être passées par les chaînes de distribution. Le flex-cracking est normal mais si des zones de dommage excessif sont identifiées, les causes doivent être déterminées (un élément métallique saillant qui blesse les poches, par exemple) pour qu'une action corrective soit entreprise. Il est aussi important de vérifier l'espace résiduel restant dans le carton (normalement + 0,5 L pour une boîte de 3 L). Ce volume pourrait avoir un impact sur l'agitation de la poche remplie et engendrer des tensions sur le film.

→ **7/** Minimiser les températures de stockage. L'INRA a montré qu'une augmentation de la température de stockage de 10 (passant de 20 à 30) raccourcit la durée de vie du BIB. Ceci est du à une augmentation des taux de transmission d'oxygène à travers l'emballage et à une amplification des réactions chimiques dans le vin. Les températures de stockage et de transport doivent donc être maintenues en-dessous de 25°C.

D'autres recherches suggèrent que le réchauffement substantiel d'une poche BIB en PET-MET






(polyester métallisé) remplie pourrait dégrader irrémédiablement le rôle de barrière à l'oxygène du film.

Les responsables de la durée de vie du vin en BIB sont: le fabriquant de poches, qui a la charge de garantir la perméabilité de ses emballages à l'oxygène ; le producteur de vin, il est responsable de la qualité du produit à mettre en BIB ; le conditionneur et le distributeur qui ont cinq points clés à maîtriser.

Parmi les pistes d'améliorations, chercher à minimiser l'apport d'oxygène au conditionnement nécessitait une étude spécifique. Performance BIB a confié au Service Technique d'Inter Rhône la mission de mettre au point une méthode de référence, permettant de mesurer l'oxygène total apporté dans le BIB lors du conditionnement, en tenant compte des contraintes réelles en cave. Des essais en laboratoire et dans des caves partenaires ont eu lieu. Dans ce cadre, Inter Rhône a créé un outil pratique, le BIB Cone Meter, pour lire le volume d'air emprisonné dans l'outre, et en déduire le taux d'oxygène gazeux.

Les résultats obtenus en collaboration avec Performance BIB et l'INRA, ont été validés et présentés à une centaine de spécialistes internationaux de la filière BIB (fournisseurs, conditionneurs et donneurs d'ordre) à Bordeaux le 29 novembre 2010. Ces résultats ont permis de construire le Manuel de référence publié sur les sites de l'Institut Rhodanien (www.institut-rhodanien.com) et de Performance BIB (www.b-i-b.com, onglet Gestion de l'oxygène). L'objet de cet article est de présenter la méthodologie de mesure de l'oxygène total à la mise en BIB, qui constitue désormais une référence technique pour la filière.

Le cône d'air

L'espace de tête, appelé « cône d'air » dans le BIB, représente trois quarts de l'oxygène total apporté à la mise en BIB. C'est donc un paramètre très important à maîtriser. C'est d'ailleurs un élément qu'il est possible de réduire fortement. En effet, des mesures sur le conditionnement d'un BIB de 3 L (*fig. 1*) ont montré qu'en appliquant de bonnes pratiques de gestion de l'oxygène, l'oxygène total pendant le cycle de vie de l'emballage d'un vin pouvait baisser de 15 à 4,5 mg/L (réduction de l'arête du cône, de 8 à 5 cm, mesurée à l'aide du BIB Cone Meter, et baisse du pourcentage d'oxygène gazeux à la mise, par inertage par exemple).

Sur les BIB, l'oxygène contenu dans l'espace de tête peut être un problème (*fig. 2*). Pour un même espace de tête et une concentration en oxygène dissous identiques, plus le volume du BIB est petit, plus le ratio de l'oxygène du cone par rapport au volume de vin est important.

Ainsi, l'apport d'oxygène doit être encore plus maîtrisé dans les BIB de petite capacité. Les importateurs et distributeurs qui souhaitent des BIB de 1,5 L et 2 L doivent donc prendre en compte la durée de vie réduite de ces BIB.

La méthodologie définie par Inter Rhône, l'INRA et Performance BIB

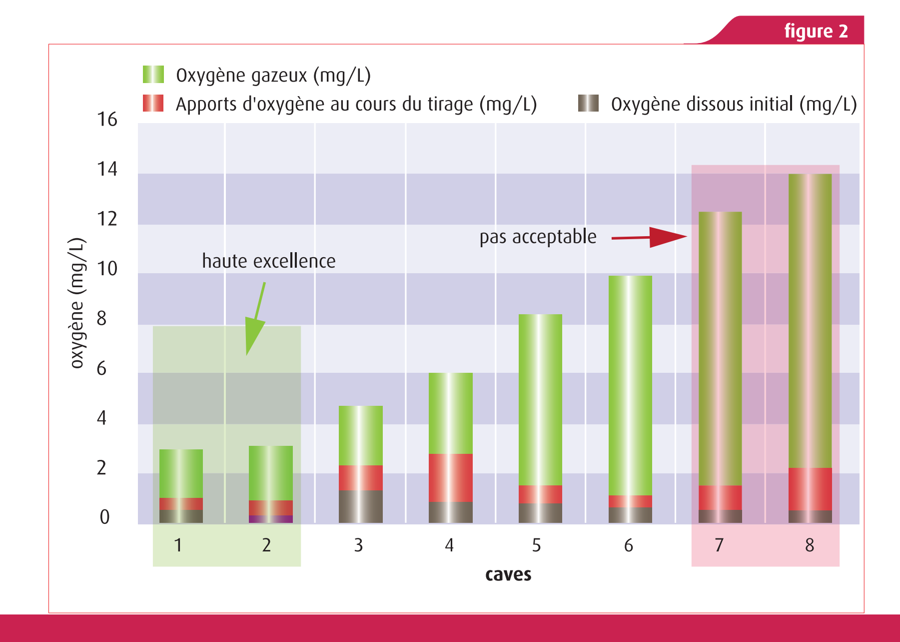
• Les technologies de mesure de l'oxygène dissous et gazeux

La mesure de la teneur en oxygène en phase gazeuse ou liquide se fait au moyen d'une sonde. En œnologie, deux types de sondes sont utilisés : les électrodes (sondes électrochimiques comme la sonde de Clark) et les optodes (sondes optiques). Elles peuvent être utilisées pour mesurer la quantité d'oxygène dans les cuves de tirage et des apports d'oxygène au conditionnement et des entrées d'oxygène sur des emballages obturés.

Il est également possible de mesurer l'oxygène indirectement, en appréciant un changement

Importance de l'oxygène gazeux par rapport à l'oxygène total. Comparatif des niveaux d'oxygène total de l'emballage (TPO), mesurés juste après remplissage, sur huit cas expérimentaux (caves partenaires).

figure 2



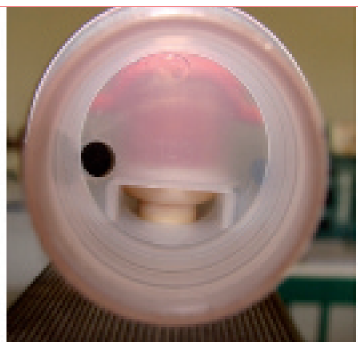





figure 3

Fabrication d'un robinet transparent Vitop pour rendre possible la mesure optique de l'oxygène, à l'aide d'une pastille collée à l'intérieur du robinet.

de couleur dans un liquide provoqué par une pénétration d'oxygène. Plusieurs méthodes colorimétriques ont été employées sur bouteilles de vin, mais à notre connaissance pas sur BIB. Ces techniques semblent plus adaptées pour la mesure des entrées d'oxygène en bouteille que pour mesurer un apport au conditionnement.

La technologie par électroluminescence permet également de doser l'oxygène. Son principe est le suivant: une lumière bleue émise par un LED est transmise à travers l'emballage transparent à la surface du spot luminescent, où il est absorbé par des molécules de platinium ou de ruthenium. En l'absence d'oxygène, ces molécules émettent une lumière rouge, détectée par l'optode. L'intensité de la lumière et surtout le temps de retour au repos de la couche luminescente sont réduits en présence d'oxygène. Inter Rhône a comparé ces nouvelles technologies (méthode par électroluminescence et méthode Orbisphère, par électrodes), qui présentent un intérêt pratique d'utilisation, et les a intégré dans sa méthodologie.

Le BIB Cone Meter, mis au point par Inter Rhône, a été validé sur une vingtaine de modèles de BIB, de 1,5 à 20L, de différents fabricants de poches, représentatifs des modèles utilisés sur le marché.

figure 4



• Contexte du projet

Concrètement, le projet s'est trouvé confronté à diverses difficultés, pour lesquelles il a fallu relever les défis techniques suivants.

➔ Pour les mesures optiques, mettre au point une solution permettant de maintenir une pastille à l'intérieur du BIB, étant donné qu'elle ne reste pas collée à l'intérieur des poches souples.

De plus, l'enjeu était de trouver un moyen qui évite de faire pénétrer de l'air dans le BIB lors du collage de la pastille, qui évite aussi de faire un trou dans la poche (pour fixer un petit mireur où est collée la pastille) et permet enfin un conditionnement classique.

La solution a été de fabriquer un robinet afin d'y coller un spot à l'intérieur (*fig.* 3), pour mesurer l'oxygène dans l'espace de tête et l'oxygène dissous après conditionnement.

➔ Définir un protocole standard de mesure d'oxygène après mise en BIB

Inter Rhône a conduit divers essais en laboratoire et en caves pour définir une méthodologie de référence basée sur sa propre expérience. L'objectif étant de proposer une pratique à la fois précise, fiable et réaliste, tenant compte des difficultés de terrain.

➔ Augmenter la précision et la simplicité de la mesure du volume du cône

La solution a consisté à créer un outil pratique, le Bib Cone Meter. Dans les caves faisant des mises en bouteilles, les opérateurs ont l'habitude d'utiliser des réglettes pour mesurer la hauteur du dégarni dans un col. Ici, l'objectif était de conce-






voir un instrument de mesure précis, simple, pratique et résistant. Après avoir construit et testé un prototype, le choix s'est arrêté sur une réglette en plastique souple (*fig.4*). L'angle idéal pour la mesure du cône d'air du BIB a été déterminé à la suite de mesures sur différents modèles de BIB, avec un rapporteur et validé par calcul. Cet angle est de 56°.

La deuxième étape a consisté à déterminer la correspondance entre la longueur de l'arête du cône et le volume du cône. Le volume du cône a été déterminé, par ajout d'un volume d'eau défini, dans le BIB et lecture de la hauteur de l'arête du cône obtenue. Cette manipulation a été répétée sur onze BIB de 3 et 5L. Les résultats ont permis de construire un modèle mathématique, permettant de corréler la longueur de l'arête du cône à son volume (*fig.* 5).

Enfin, il a fallu déterminer la longueur maximale de l'outil : 12 cm, ce qui correspond à presque 400 mL d'air. Le BIB Cone Meter a été validé sur une vingtaine de modèles de BIB, de 1,5 à 20L, de différents fabricants de poches, représentatifs des modèles utilisés sur le marché.

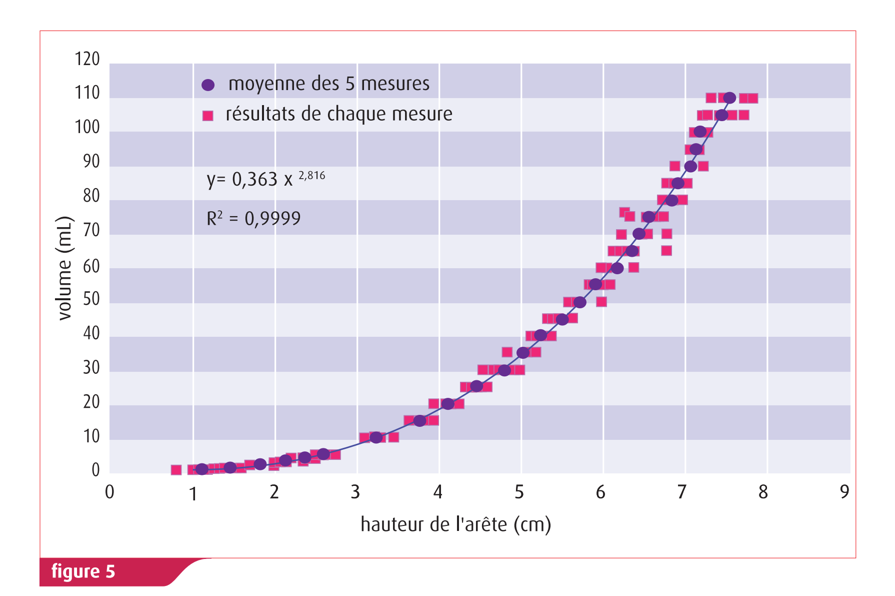


figure 5

Construction d'un modèle mathématique, permettant de corréler la longueur de l'arête du cône à son volume.

• Les points de mesure de l'apport en oxygène

L'oxygène piégé au conditionnement est mesuré entre deux points de la chaîne de tirage, A et B (*fig.* 6). D'après nos multiples essais de terrain, nous suggérons que la valeur de l'oxygène total apporté lors du conditionnement en BIB soit obtenue en calculant la différence entre l'oxygène total de l'emballage (TPO) après tirage, qu'on nommera point B, et l'oxygène dissous initial en cuve principale de tirage, le point A.

En complément, d'autres points intermédiaires (avant et après filtration, à l'entrée et à la sortie de la cuve tampon, à l'entrée de la tireuse ou dans les mors de la tireuse…) peuvent permettre d'identifier les sources d'apport d'oxygène. Mais ces valeurs ne sont que des mesures intermédiaires.

• Les bonnes pratiques pour ces mesures

➔ Privilégiez l'utilisation de poches transparentes pour les mesures d'O_2 et notamment pour la visualisation du cône d'air (plus aisée que sur poches métalliques). Pour les technologies optiques et électrochimiques, il est préférable de se référer au manuel d'utilisation du constructeur. Pour les technologies optiques, il est recommandé aussi de :

➔ Utiliser un robinet transparent pour coller le spot (pastille sensible ou capteur, *fig.3*). Un robinet dont le bout de la partie cylindrique est modifié, pourra être enlevé de son goulot, et pourra être réutilisé avec son spot pour d'autres mesures d'oxygène.

➔ Vérifier que les pastilles n'aient pas dépassé leur date de péremption ou limites d'utilisation.

➔ Coller les pastilles quelques heures avant utilisation. Placer la pastille, à l'intérieur du robinet sur le plateau, en s'assurant qu'elle soit correctement placée pour être accessible depuis l'extérieur, par la fibre optique.

➔ Conserver les pastilles ou les robinets avec pastilles collées, à l'abri de la lumière.

➔ Les BIB utilisés pour ces essais doivent être identifiés, ils ne sont pas commercialisables.

➔ Réalisez une calibration. Pour toutes les technologies, une calibration permet d'augmenter la précision des résultats. Pour les technologies optiques, vous pouvez vous en tenir aux valeurs de calibration communiquées par les constructeurs pour chaque lot de pastille, ou bien calibrer vous-même en fonction des conditions locales, pour améliorer la précision des résultats obtenus. Cette dernière option a l'avantage de tenir compte des variables que sont l'âge des pastilles, le support sur lequel elles sont collées, la longueur du câble optique etc. Généralement, la calibration

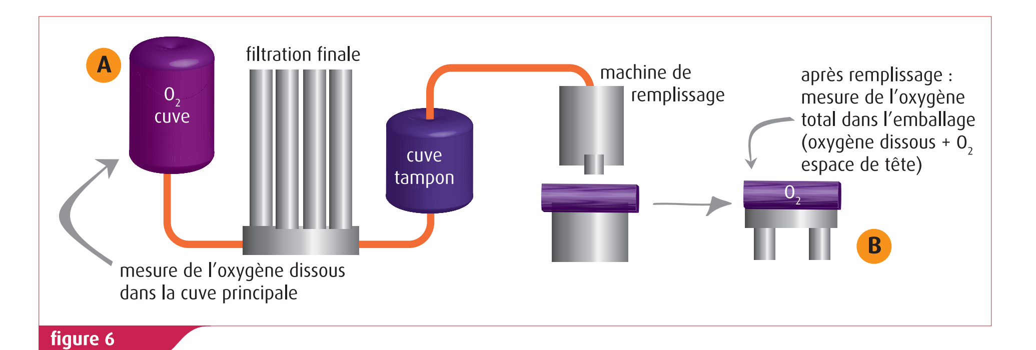


figure 6

L'oxygène piégé au conditionnement est mesuré entre deux points de la chaîne de tirage : (B)-(A).
(A) : oxygène dissous initial en cuve principale de tirage,
(B) : oxygène total de l'emballage (TPO) après tirage.

exige deux points de mesure : par exemple à 0% d'oxygène (point bas) et dans l'air ambiant, 21% v/v (point haut). Le plus simple pour réaliser le point bas est de créer une chambre de calibration sur laquelle est placé le robinet. L'azote arrive d'un coté, purge l'air et le chasse d'un autre coté à l'aide d'un connecteur de BIB. Pour les technologies optiques, une traçabilité des lots de pastilles (et des robinets sur lesquels elles sont collées) et de leurs paramètres de calibration, est recommandée. Avant toute utilisation, l'oxymètre doit être paramétré à l'aide de ces valeurs de calibration.

• Mesure de l'oxygène dissous, en cuve de tirage : point (A)

Il existe trois méthodes principales :

➔ Au cœur de la cuve de tirage : En plongeant une sonde adaptée aux mesures en immersion, à l'intérieur de la cuve. Réaliser les mesures en bas, milieu et haut de cuve afin de vérifier l'homogénéité de la cuve et obtenir une valeur moyenne de l'oxygène dissous initial. Les sondes optiques sont placées dans la cuve de tirage. Agiter la sonde au cours de la mesure permet de diminuer le temps de stabilisation et d'obtenir une valeur stable plus rapidement.

➔ A la sortie de la cuve de tirage : Pour certaines technologies optiques, une pastille peut être collée à l'intérieur d'un mireur connecté à la vanne de la cuve. La lecture de l'oxygène dissous est quasi immédiate. Mais dans ce cas, le mireur doit être transparent et suffisamment mince pour ne pas fausser la mesure (< 12 mm). De plus, il faut savoir que si le vin est trop froid, le mireur se couvre de condensation, qui rend la mesure impossible. D'autres oxymètres (avec pastille intégrée) nécessitent, quant à eux, l'utilisation d'une chambre de circulation du vin connectée à la vanne de la cuve.

Pour les technologies électrochimiques, un manchon peut être branché à la vanne de la cuve. Une partie du vin s'échappe alors de ce manchon vers l'intérieur de l'instrument pour être analysé.

➔ Par le robinet dégustateur : Pour les technologies optiques, il est possible de réaliser des mesures à l'aide d'une pastille collée dans un récipient (inerté au préalable). Cette méthode n'est pas recommandée, si les autres options sont possibles. Pour les électrodes, la mesure peut se faire directement en branchant l'instrument au robinet.

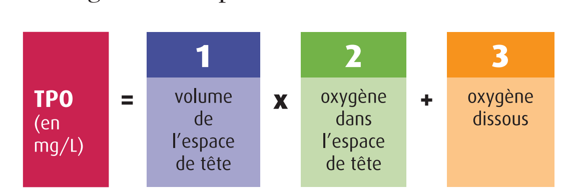
• Mesure de l'oxygène total, après conditionnement : point (B)

Quelle que soit la technique choisie, il est difficile de réaliser les mesures quand le BIB vient juste d'être tiré, après la fermeture de la poche par le robinet, alors qu'il est encore dans les mors de la tireuse. Pour cette raison, il est recommandé de faire les mesures sur le BIB obturé, juste après tirage, mais avant qu'il ne soit agité et mis en carton.

Cette manipulation demande souvent un arrêt temporaire de la machine pour récupérer le BIB. Ensuite, celui-ci doit être transporté délicatement (robinet vers le haut) jusqu'au plan de travail, à proximité de la tireuse, pour réaliser les mesures d'oxygène.

Etant donné qu'une seule pastille est suffisante pour réaliser les mesures BIB en espace gazeux et dissous (en renversant le BIB), un seul BIB suffit pour les technologies optiques alors qu'il en faut deux pour les technologies électrochimiques.

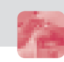
Trois grandes étapes de travail :



➔ **1/** Mesure du volume de l'espace de tête

Préparer le matériel et le plan de travail. Pour les optodes : calculer le volume du cône après la






Définitions utiles

Parmi toutes les définitions possibles, voici celles retenues pour leur pertinence, leur utilité et leur aspect pratique.

→ **Oxygène de l'espace de tête par unité de volume nominal du liquide (mg/L de vin) :** Oxygène espace de tête/Volume nominal du liquide en mg/L.

→ **Pression partielle de l'oxygène (hPa) :** Pression partielle = pression totale x % oxygène dans le cône d'air. Chaque gaz a sa propre pression partielle qui est la pression qu'il aurait s'il occupait seul le volume. A 1 bar (=100 kPa = 1000 hPa) et 21% d'oxygène, PO2 (la pression partielle de l'oxygène) = 210 hPa.

→ **Oxygène dans l'espace de tête (% O2) :** % d'oxygène moléculaire dans l'espace de tête. Il peut aussi être exprimé comme un ratio de la pression partielle de l'oxygène par rapport à la pression totale. En général, les instruments de mesure utilisent la pression externe et non pas interne à l'emballage pour calculer le % d'oxygène. Si une différence est soupçonnée, il faut ajuster la valeur avec la mesure de la pression à l'intérieur de l'emballage. Pour les bouteilles de Champagne la pression interne est plusieurs fois supérieure à la pression externe, mais pour les BIB, les pressions externe et interne sont à peu prêt similaires. Pendant la mesure de l'oxygène dans l'espace de tête du BIB, il ne faut pas appliquer de pression sur les parois du BIB, car cela peut introduire une erreur de mesure, lorsque celle-ci est exprimée en % d'oxygène.

→ **Oxygène de l'espace de tête (mL O2) :** % d'O2 dans l'espace de tête x volume de l'espace de tête en mL

→ **Oxygène de l'espace de tête (mg O2) :** Oxygène dans l'espace de tête (mL O2) x 1,429 mL O2/mg O2

→ **Oxygène de l'espace de tête par unité de volume total de l'espace de tête (mg/L) :** Oxygène dans l'espace de tête/Volume total de l'espace de tête en mg/L

→ **Oxygène de l'espace de tête par unité de volume nominal du liquide (mg/L de vin) :** Oxygène espace de tête/Volume nominal du liquide en mg/L.

→ **Oxygène de l'espace de tête par unité réelle de liquide (mg/L de vin) :** Le volume réel est préférable plutôt que le volume nominal si on recherche la précision des mesures. L'oxygène contenu dans l'espace de tête peut être considéré comme une réserve d'O2 pouvant pénétrer dans le liquide.

→ **OD ou Oxygène Dissous (mg/L) :** une mesure relative de la quantité d'oxygène moléculaire dissous dans un volume unitaire de liquide. Typiquement les concentrations dans le vin sont données en mg/L ou 1mg/L = 1 part par million (ppm). La quantité maximale contenue dans le vin est environ 8 mg/L (à 20°C) qui est son niveau de saturation. Le niveau de saturation augmente avec la baisse de la température.

→ **OD avant remplissage :** Si c'est utilisé pour calculer l'apport d'oxygène pendant le remplissage, le OD avant remplissage doit être pris au niveau de la cuve principale (ou au premier point de sortie). Tout autre point de mesure (pendant le pompage, passage dans les tuyaux, filtration, cuve tampon...) doit être considéré comme intermédiaire et partiel et identifié clairement.

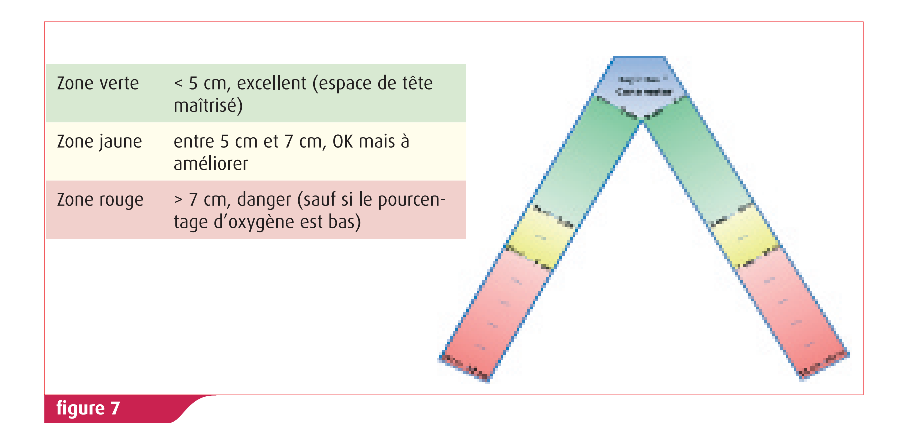
→ **Oxygène Total de l'emballage ou, en anglais, Total Package Oxygen (TPO)** est l'oxygène dans l'espace de tête par unité de volume réel (mg/L) + OD dans le liquide (mg/L), à un moment donné; par exemple, tout de suite après remplissage. A noter que la valeur de la mesure de l'espace de tête est calculée sur la base du volume de liquide et non pas sur le volume de l'espace de tête. A noter aussi que la mesure du TPO après remplissage peut omettre l'oxygène emprisonné dans l'emballage, si celui ci n'est pas encore entré dans le liquide ou dans l'espace de tête.

→ **L'Oxygène Total de l'emballage (TPO) juste après remplissage** est l'oxygène Dissous (OD) dans le vin juste après remplissage et l'oxygène de l'espace de tête juste après remplissage en mg/L = (vol cône ml x % O2 x 1,43 mg/ml)/ (vol vin L).

→ **Apport d'oxygène pendant le remplissage :** oxygène de l'espace de tête par unité de volume de liquide (mg/L) + apport de OD dans le vin pendant le remplissage (OD après remplissage – OD avant remplissage).

→ **Oxygène total dans le cycle de vie de l'emballage ou, en anglais, Total Life Cycle Package Oxygen** est l'Oxygène Total de l'emballage (TPO) + La pénétration de l'O2 dans l'emballage rempli, pendant son stockage sur plusieurs semaines ou mois. Nous n'avons pas pu trouver une expression standard et nous avons donc inventé celle-ci. Cette valeur ne prend pas en compte les réactions d'oxydoréduction du vin avant qu'il ne se trouve dans la cuve de remplissage. Performance BIB recommande que cette valeur soit la plus petite possible, mais si le vin est oxydé avant son conditionnement, la durée de vie ne sera pas longue.

→ **Apport total de l'oxygène ou, en anglais, Total Oxygen Pickup (TOP)** est la somme de l'apport d'oxygène pendant le remplissage (mg/L) + La pénétration de l'O2 dans l'emballage rempli, pendant son stockage (mg/L). C'est aussi la différence entre l'Oxygène total dans le cycle de vie de l'emballage et l'oxygène dissous initial. Cela couvre une certaine période (étendue sur plusieurs semaines ou mois) et représente la totalité de l'oxygène apportée à une boisson pendant le processus de remplissage et le stockage du produit final. Le test « pénétration de l'O2 dans un emballage rempli » (mg/L) ne peut pas se faire sur du vin (car il consomme de l'oxygène) et il est en général fait sur une solution aqueuse.



Zone verte	< 5 cm, excellent (espace de tête maîtrisé)
Zone jaune	entre 5 cm et 7 cm, OK mais à améliorer
Zone rouge	> 7 cm, danger (sauf si le pourcentage d'oxygène est bas)

figure 7

Interprétation simple avec le BIB Cone Meter.

mesure de l'oxygène de l'espace de tête mais juste avant la mesure de l'oxygène dissous sur vin. Pour les électrodes: mesurer le volume avant le dosage de l'oxygène gazeux.

Relever le BIB délicatement de manière à faire remonter la bulle dans un des angles du BIB pour former un cône. Positionner le BIB Cone Meter et mesurer les deux arêtes (en cm). Calculer la moyenne en cm et lire la correspondance en mL sur le BIB Cone Meter (*fig.* 7).

Pour le cas des poches métalliques, enlever le revêtement métallique à l'aide d'un cutter et d'une paire de ciseaux sans percer la poche.

Pour les poches à coins arrondis, réaliser les mesures normalement et enlever le volume de l'arrondi (en général < 2 mL).

Pour les poches remplies avec beaucoup de mousse, attendre de préférence que l'épaisseur de mousse dans le cône soit inférieure à 5 mm avant de réaliser les mesures en bas de la mousse.

→ 2/ Mesure de l'oxygène dans l'espace de tête

- Transporter le BIB doucement (robinet en haut) de la machine de remplissage vers la table de mesure située à proximité. Pendant la mesure, tenir le BIB fermement par son goulot avec une pince appropriée sans exercer de pression sur les parois du cône. Effectuer les mesures immédiatement après remplissage. Nous considérons que les valeurs sont stabilisées au bout de deux minutes dans la plupart des situations.

- Enregistrer le résultat en %. La simplicité d'utiliser une valeur en % peut être une source d'erreur si la pression à l'intérieur de l'emballage est très différente de la pression atmosphérique externe. Mais ce n'est généralement pas le cas pour l'emballage BIB.

- Calculer l'oxygène dans l'espace de tête. Après avoir mesuré le % d'oxygène dans le cône, utiliser la formule suivante :

$$\frac{\%\ O_2 \times (\text{volume de l'espace de tête mL}) \times (1{,}429\ \text{mg}\ O_2/\text{mL}\ O_2)}{\text{volume BIB (L vin)}}$$

La valeur obtenue est une expression de l'oxygène contenu dans le cône qui se dissoudra dans le vin.

→ 3/ Mesure de l'oxygène dissous

- Avec une électrode : Mettre le BIB dans un carton avec le robinet en bas, environ 1 mètre plus haut que l'appareil de mesure. Le débit du vin sortant de l'appareil doit être régulier et suffisant (10 L/h). Sinon il faut ajouter une pompe péristaltique. Attendre que le circuit soit purgé d'air. Quand les mesures sont stables, les enregistrer en ppm (mg/L).

- Avec une optode : Tenir le BIB par une pince, robinet en bas, de sorte que le robinet soit rempli avec du vin et non pas de l'air (absence de bulles). Faire les mesures le plus rapidement possible après les mesures de l'oxygène dans l'espace de tête. La période de stabilisation (entre le début de la mesure et le moment où les valeurs reflètent la réalité) doit être encore étudiée. Certaines sources recommandent un délai entre 0 et 40 minutes. Ce délai doit être suffisamment long pour éliminer l'effet des microbulles d'oxygène autour des capteurs (spots) mais pas trop long pour ne pas introduire d'autres sources d'erreur, y compris la consommation d'oxygène par le vin. D'une manière générale, les valeurs d'oxygène dissous dans les BIB non agités, diminuent très rapidement pendant les 5 premières minutes, puis la chute continue mais se ralentit. De plus, les contraintes pratiques des caves imposent que le temps de réponse ne soit pas trop long. A ce stade de réflexion, nous recommandons un temps de stabilisation de 15 minutes pour les mesures OD (vin non agité) mais dans l'avenir cette recommandation sera peut être réajustée.

Cette méthodologie, et l'outil BIB Cone Meter ont été validés sur le terrain, par huit essais en caves. Les valeurs de TPO ont été mesurées. Elles apparaissent très dispersées, entre les statuts extrêmes de haute excellence à inacceptable (*fig.* 2).

Conclusion

Nous avons beaucoup progressé sur la mesure de l'oxygène apporté au cours du conditionnement. La mise au point d'une méthodologie de mesure pratique et de l'outil BIB Cone Meter devraient permettre aux conditionneurs d'augmenter la durée de vie du vin en BIB. Cependant, il reste à évaluer le rôle joué par la perméabilité des emballages. Dans cette optique, l'équipe de Recherche et Développement d'Inter Rhône poursuit sa collaboration avec la filière BIB pour continuer d'apporter des solutions concrètes aux opérateurs.

Bibliographie

- Performance BIB et INRA, 2004. Guide des bonnes pratiques pour le remplissage et le stockage des BIB. Document téléchargeable sur le site de Performance BIB (www.b-i-b.com, onglet Archives).
- Inter Rhône, Performance BIB et INRA, 2010. Mesure de l'oxygène total au cours du conditionnement en BIB. Document téléchargeable sur les sites de l'Institut Rhodanien (www.institut-rhodanien.com) et de Performance BIB (www.b-i-b.com, onglet Gestion de l'oxygène).
- FranceAgriMer, 2001. Viticultures n°16.

Remerciements

- Cécile VUCHOT pour sa participation à la rédaction de cet article.